

Japanese Patent Laid-Open S62-197373 ✓

Laid-Open : September 1, 1987

Application No. : S61-33825

Filed : February 20, 1986

Title : Method for metalizing aluminum nitride  
sintered body

Inventor : Hideki SANO, et al.

Applicant : Toshiba Corporation

A method for metalizing an aluminum nitride sintered body  
comprising:

a process of forming an aluminum oxide layer on a surface of  
the aluminum nitride sintered body and

a process of forming a metalized layer comprising at least one  
selected molybdenum, manganese and titanium on a surface of the  
aluminum oxide layer.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭62-197373

⑫ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)9月1日

C 04 B 41/88

7412-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 窒化アルミニウム焼結体のメタライズ方法

⑮ 特 願 昭61-33825

⑯ 出 願 昭61(1986)2月20日

⑰ 発 明 者 佐 藤 英 樹 横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜金属工場  
内  
⑱ 発 明 者 水 野 谷 信 幸 横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜金属工場  
内  
⑲ 発 明 者 遠 藤 光 芳 横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜金属工場  
内  
⑳ 発 明 者 田 中 俊 一 郎 横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜金属工場  
内  
㉑ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 川崎市幸区堀川町72番地  
㉒ 代 理 人 弁 理 士 津 国 肇

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

窒化アルミニウム焼結体のメタライズ方法

##### 2. 特許請求の範囲

(1) 窒化アルミニウム焼結体の表面に酸化アルミニウム層を形成する工程;

該酸化アルミニウム層の上にモリブデンと、マンガ  
ンおよびチタンの群から選ばれる少なくとも  
1種とを含むメタライズ層を形成する工程;とを  
具備することを特徴とする窒化アルミニウム焼結  
体のメタライズ方法。

(2) 該酸化アルミニウム層を形成する工程が、  
該窒化アルミニウム焼結体を酸化雰囲気中で加熱  
する工程である特許請求の範囲第1項記載の方  
法。

##### 3. 発明の詳細な説明

〔発明の技術分野〕

本発明は窒化アルミニウム(AlN)焼結体の  
表面に導電性メタライズ層を形成する方法に関  
し、更に詳しくは、AlN焼結体とメタライズ層

との間に酸化アルミニウム(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)層を介  
在せしめることによりAlN焼結体とメタライズ  
層との接合強度を高める方法に関する。

〔従来技術とその問題点〕

従来から例えば半導体用基板、IC基板などに  
は、その表面にいわゆるモリブデン-マンガ  
ン法によって形成された導電性のMo-Mnメタライ  
ズ層を具備するAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結板が多用されてい  
る。

しかしながら、この基板にあってはAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
の熱伝導率が小さく放熱性に劣るため、高入力  
パワーにおける作動に難点がある。

このため、最近では、電気絶縁性、機械的強度  
がAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体とほぼ同等であり、しかし熱  
伝導率はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の3~4倍の値を有し  
放熱性に優れるということで、AlN焼結体が基  
板素材として大いに注目を集めている。

しかしながら、このAlN焼結体には、従来の  
ようなMo-Mn法によってその表面に導電性の  
メタライズ層を形成することがはなはだ困難であ

る。

#### 【発明の目的】

本発明は、上記した困難を解決して、AlN焼結体にメタライズ層を高い接合強度で形成する方法の提供を目的とする。

#### 【発明の概要】

本発明者らは上記目的を達成すべく鋭意研究を重ねる過程で、 $Al_2O_3$ 焼結体にはMo-Mn系のメタライズ層を容易に形成することができる、そしてAlN焼結体は酸化されると $Al_2O_3$ に転形する、との事実に着目し、したがって、AlN焼結体の表面を一部薄く酸化して $Al_2O_3$ 層とし、その上にMo-Mn法を適用すれば、AlN焼結体にメタライズ層を形成することができるとの着想を抱き、本発明方法を開発するに至った。

すなわち、本発明のAlN焼結体のメタライズ方法は、AlN焼結体の表面に $Al_2O_3$ 層を形成する工程（第1工程）；該 $Al_2O_3$ 層の上にMoと、MnおよびTiの群から選ばれる少なく

雰囲気あげることができる。とくにファンによる空気の強制供給、又は雰囲気の流れを行なうことは好適である。

加熱温度は900～1400℃に設定される。加熱温度が低すぎると $AlN \rightarrow Al_2O_3$ の反応が進行しなかったり又は迅速に進まなかったりし、また高すぎると、多孔質であったりまたはクラックの入った $Al_2O_3$ 層が生じ始めるからである。好ましくは1100～1200℃、とくに好ましくは1140～1160℃である。

処理時間は0.5～10時間に設定される。この時間が短すぎると $Al_2O_3$ 層の厚みが不足しまた逆に長すぎると $Al_2O_3$ 層が厚くなりすぎクラックの発生やAlN焼結体との間に剥離などが生ずるからである。好ましくは1～8時間、とくに好ましくは2～4時間である。

かくして、AlN焼結体の表面には、 $Al_2O_3$ 層が形成される。この $Al_2O_3$ 層はAlN焼結体の表面部分が転化したものであるため、残余のAlN焼結体にいわば“根付いた”

とも1種を含むメタライズ層を形成する工程（第2工程）とを具備することを特徴とする。

まず、第1工程においては、AlN焼結体に酸化雰囲気中で所定時間の加熱処理を施す。酸素と接触するAlN焼結体の表面は酸素と反応してAlNから $Al_2O_3$ に転化していく。生成する $Al_2O_3$ は通常 $\alpha-Al_2O_3$ である。

かくして、AlN焼結体はその表面から深部にむかって $Al_2O_3$ 層に転化していくことになるが、その場合、形成される $Al_2O_3$ 層の厚みがあまりに薄いと後工程のメタライズ層の形成が困難となり、またあまり厚くなりすぎるとAlN焼結体の放熱性を全体として低下せしめ、また、 $Al_2O_3$ 層内のクラック、AlN焼結体との間の界面で剥離現象が生ずるので、通常は0.1～100 $\mu$ mにする。好ましくは1～20 $\mu$ mであり、とくに好ましくは3～10 $\mu$ mである。

この工程で適用する酸化雰囲気としては、例えば、大気、酸素ガス雰囲気、窒素-酸素混合ガス雰囲気、アルゴン-酸素混合ガス雰囲気のような

状態で存在しAlN焼結体と強固に一体化している。

なお、第1工程においては、上記した酸化加熱法の外に、AlN焼結体の表面にスパッタ法、プラズマ溶射法、プラズマCVD法などを適用して所定厚みの $Al_2O_3$ 層を被着・形成することもできる。このような $Al_2O_3$ 層も本発明にとっては有効である。ただし、AlN焼結体との密着性という点では上記酸化加熱法の場合より数段劣る。

本発明方法においては、第1工程終了後、AlN焼結体を一旦取出して放冷したのち、つぎに第2工程に移送する。

第2工程では、第1工程で形成された $Al_2O_3$ 層の上に常法によりメタライズ層を形成する。

具体的には、Mo、 $MoO_3$ のようなMo系の粉末と、Mn、 $MnO_2$ のようなMn系の粉末若しくはTi、 $TiO_2$ のようなTi系の粉末の1種又は2種とをボールミルなどで充分混合したの

ち、得られた混合粉末をエチルセルロースのような媒体に分散せしめて調整した所定粘度のペーストを $Al_2O_3$ 層の上に塗布し、ついで全体を真空ガス、フォーミングガスのような雰囲気中において、 $1300 \sim 1700^\circ C$ の温度で焼成するのである。 $Al_2O_3$ 層の上にはメタライズ層が形成される。

#### 【発明の実施例】

##### 実施例1

調電率(1MHz,室温)8.8,熱伝導率 $70 \sim 130 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ であり、焼結助剤として $Y_2O_3$ を用いた $AlN$ 焼結板(縦 $50\text{mm}$ ,横 $58\text{mm}$ ,厚み $0.835\text{mm}$ )を、大気中において $1100 \sim 1200^\circ C$ で1時間加熱処理した。表面には厚みが $1 \sim 5\mu\text{m}$ である $\alpha-Al_2O_3$ 層が形成された。

この表面 $Al_2O_3$ 層のX線回折チャートを第1図として示した。図中のYAGはイットリウムアルミニウムガーネットの回折ピークを表わす。図から明らかのようにこの $Al_2O_3$ 層は $\alpha$ -

のときに $Mo-Mn$ メタライズ層と $Al_2O_3$ 層の間が剥離した。つまり、 $Mo-Mn$ メタライズ層と $AlN$ 焼結体との接合強度は $3 \text{ kg/mm}^2$ と判定することができる。

また、本発明方法で得られた $AlN$ 焼結板の放熱性は同様の $Al_2O_3$ 基板の場合に比べて約4倍であった。

##### 実施例2

メタライズ層用のペーストが、粒径 $0.5 \sim 1.0\mu\text{m}$ の $Mo$ 粉末90重量%と $TiO_2$ 粉末10重量%とからなる混合粉末100重量部を5~10重量部のエチルセルロースに分散せしめたものであったことを除いては実施例1と同様にしてメタライズ層を形成した。

得られたメタライズ層のX線回折チャートを第3図に示した。実施例1と同様の方法で引張り試験を行なったところ、メタライズ層と $AlN$ 焼結体との接合強度は $4 \text{ kg/mm}^2$ であった。

#### 【発明の効果】

以上の説明で明らかのように、本発明方法によ

$Al_2O_3$ で構成されている。

つぎに、この $Al_2O_3$ 層の上に、粒径 $0.5 \sim 1.0\mu\text{m}$ の $Mo$ 粉末93重量%と粒径 $0.5 \sim 1.5\mu\text{m}$ の $Mn$ 粉末7重量%とから成る混合粉末100重量部を5~10重量部のエチルセルロースに分散せしめたペーストを塗布し、全体をフォーミングガス雰囲気中において温度 $1400^\circ C$ で60分間焼成した。 $Al_2O_3$ 層の上には厚み $10 \sim 20\mu\text{m}$ の $Mo-Mn$ メタライズ層が形成された。

この $Mo-Mn$ メタライズ層のX線回折チャートを第2図に示した。

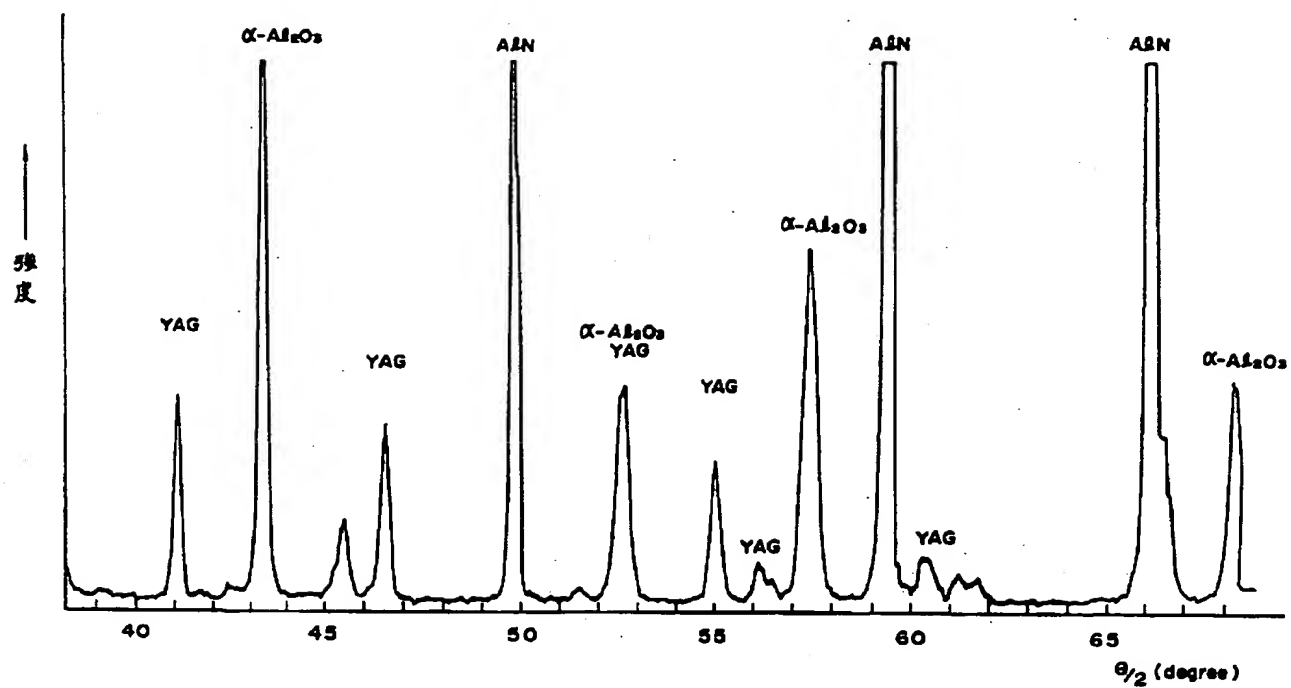
その後、 $Mo-Mn$ メタライズ層に無電解めっき法で厚み $2 \sim 8\mu\text{m}$ の $Ni$ めっき層を形成し、ついでこれをフォーミングガス中にて $800^\circ C$ でアニールし、この上にコバール(Kovar)ピンを $800^\circ C$ でろう付け(ろう付け面積 $2\text{mm}^2$ )した。

コバールピンの自由端を引張り試験機で把持して引張り試験を行なった。引張り強さ $3 \text{ kg/mm}^2$

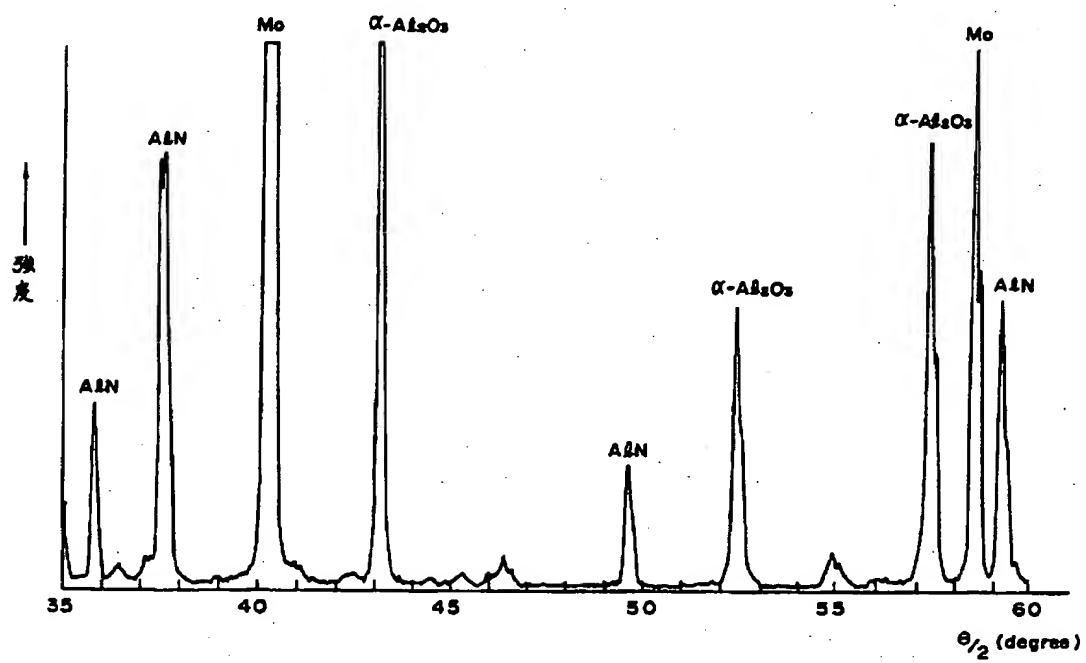
れば、 $AlN$ 焼結体の表面に容易に導電性のメタライズ層を高い接合強度で形成することができる。得られたメタライズ層- $AlN$ 焼結体の基板は、従来の主流品である $Al_2O_3$ 基板よりも数段その放熱性が優れているため、半導体用基板として極めて有用である。

#### 4. 図面の簡単な説明

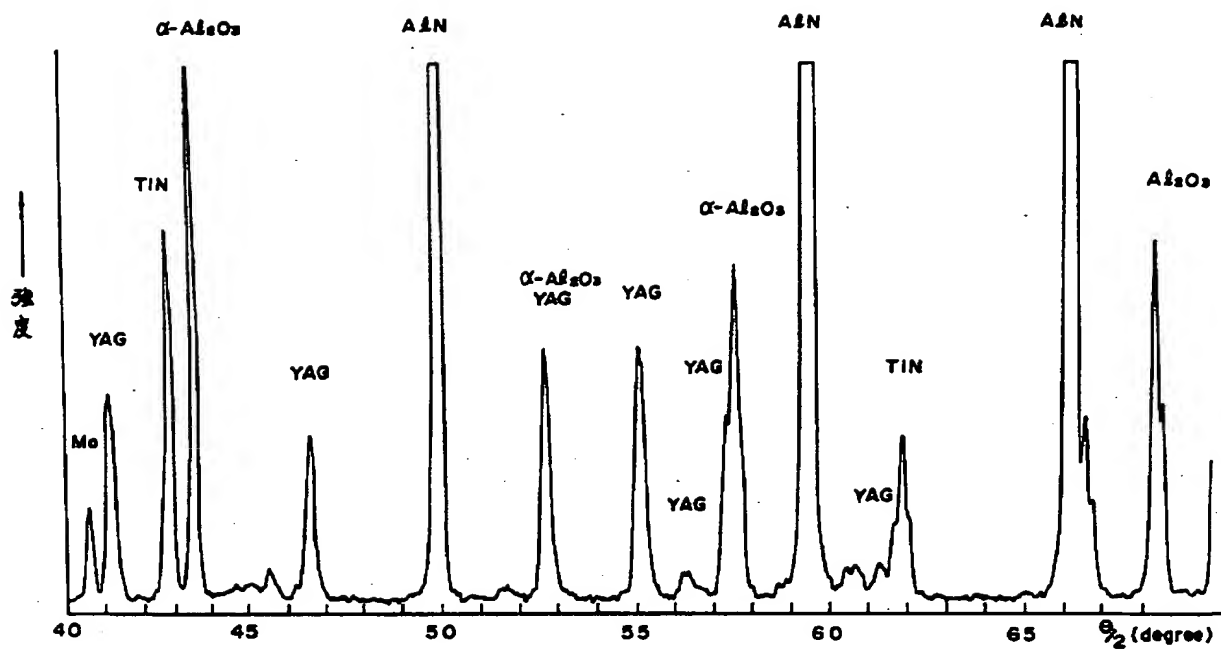
第1図は実施例1における $Al_2O_3$ 層のX線回折チャート図、第2図は実施例1における $Mo-Mn$ メタライズ層のX線回折チャート図、第3図は実施例2におけるメタライズ層のX線回折チャート図である。



第 1 図



第 2 図



第 3 圖